

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-226985

(43) 公開日 平成11年(1999) 8月24日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

B 2 9 C 45/00

B 2 9 C 45/00

C 0 8 J 5/10

C F G

C 0 8 J 5/10

C F G

C 0 8 K 7/14

C 0 8 K 7/14

C 0 8 L 77/00

C 0 8 L 77/00

// B 2 9 K 77:00

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願平10-28865

(22) 出願日

平成10年(1998) 2月10日

(71) 出願人 000000033

旭化成工業株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(72) 発明者 野田 和弥

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号

旭化成工業株式会社内

(72) 発明者 辻 道弘

宮崎県延岡市旭町6丁目4100番地 旭化成工業株式会社内

(54) 【発明の名称】 ガラス繊維強化ポリアミド樹脂射出成形品

(57) 【要約】

【課題】 機械的特性、特に疲労特性やクリープ特性の著しく優れたガラス繊維強化ポリアミド樹脂成形品を提供する。

【解決手段】 ポリアミド樹脂：A重量部、ガラス繊維：B重量部からなり、 $A+B=100$ 重量部、 $40 \leq A \leq 90$ 重量部、 $10 \leq B \leq 60$ 重量部を熔融混練してなるガラス繊維強化ポリアミド樹脂組成物であり、該組成物中のポリアミド樹脂とガラス繊維との界面にグラフト化ポリアミド樹脂が存在し、該グラフト化ポリアミド樹脂量がガラス繊維100重量部あたり0.1~2重量部である組成物からなる射出成形品であって、流動方向に切り出した該成形品の動的粘弾性の温度分散スペクトルにおける α 緩和の $\tan \delta$ のピーク値が、 $\tan \delta \leq -3.2 \times 10^{-4} \times B + 0.0656$ を満足することを特徴とするガラス繊維強化ポリアミド樹脂射出成形品。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) ポリアミド樹脂、(B) ガラス繊維からなり、(A) および (B) の量をそれぞれA重量部、B重量部とした時、 $A+B=100$ 重量部、 $40 \leq A \leq 90$ 重量部、 $10 \leq B \leq 60$ 重量部を熔融混練してなるガラス繊維強化ポリアミド樹脂組成物で、該組成物中の(A) ポリアミド樹脂と(B) ガラス繊維との界面にグラフト化ポリアミド樹脂が存在し、該グラフト化ポリアミド樹脂量がガラス繊維100重量部あたり0.1~2重量部である組成物からなる射出成形品であって、流動方向に切り出した該成形品の動的粘弾性の温度分散スペクトルにおける α 緩和の $\tan \delta$ のピーク値が、 $\tan \delta \leq -3.2 \times 10^{-4} \times B + 0.0656$ を満足することを特徴とするガラス繊維強化ポリアミド樹脂射出成形品。

【請求項2】 ガラス転移温度以上でアニールしてなる請求項1記載の射出成形品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ガラス繊維強化ポリアミド樹脂射出成形品に関するものである。詳しくは、機械的強度、特に、疲労特性やクリープ特性の著しく改良されたガラス繊維強化ポリアミド樹脂射出成形品に関するものである。

【0002】

【従来の技術】ガラス繊維強化ポリアミド樹脂は、優れた機械的強度、剛性、耐熱性、耐薬品性などの特徴を有するエンジニアリング樹脂として有用であり、自動車用途および工業用途等幅広い分野に使用されている。また近年、燃費向上の為に軽量化、低コスト化、部品のモジュール化、一体化の観点から、従来金属が使用されている自動車構造部品をガラス繊維強化ポリアミド樹脂に代替する動きが顕著である。

【0003】したがって、金属代替ということにより、樹脂に要求される性能は一段と苛酷化、長期化が強いられ、これまで以上に樹脂材料の長期信頼性の向上が要求される。特にガラス繊維強化ポリアミド樹脂は、その機械的特性、耐熱性の観点から自動車エンジンルーム内部品の材料として使用されているが、中でもエンジンマウント、エアサスペンションタンク、インテークマニホールド等の構造部品への適用を考える場合、重要な強度項目の1つとして疲労特性があり、部品設計の観点から樹脂材料の疲労特性の向上が必要となる。

【0004】しかしながら、ガラス繊維強化ポリアミド樹脂材料の場合、金属と比較して疲労特性等の動的機械特性に関する検討はあまり行われておらず、周期的に応力が負荷するような厳しい条件下での長期信頼性に乏しかった。しかも、ガラス繊維強化ポリアミド樹脂材料の疲労寿命の予測はもちろんのこと、疲労特性とポリマー構造の関係に対する定量的な知見はほとんどないという

のが現状である。

【0005】従来、疲労特性を向上させる方法としては、ガラス繊維濃度を高めて初期の機械的物性を向上させることにより疲労寿命を伸ばす手法が一般的であったが、部品重量の増加、外観不良等の問題が生じ、必ずしも満足できる方法ではなかった。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、ガラス繊維強化ポリアミド樹脂の優れた特徴を損なわずに、疲労特性に優れたガラス繊維強化ポリアミド樹脂射出成形品を提供することを目的とするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、疲労特性の著しく改良されたガラス繊維強化ポリアミド樹脂射出成形品を得るべく検討した結果、ポリアミド樹脂とガラス繊維からなる組成物においてポリアミド樹脂とガラス繊維との界面にグラフト化ポリアミド樹脂が存在し、そのグラフト化ポリアミド樹脂量が特定の範囲にある組成物からなる成形品であって、流動方向に切り出した該成形品の動的粘弾性の温度分散スペクトルにおける α 緩和の $\tan \delta$ のピーク値とガラス繊維濃度との間に特定の関係式が成立するとき、機械的強度、特に、疲労特性やクリープ特性の著しく改良されたガラス繊維強化ポリアミド樹脂射出成形品を得ることを見だし、この知見に基づき本発明に到達したものである。

【0008】すなわち、本発明は下記の通りである。

1) (A) ポリアミド樹脂、(B) ガラス繊維からなり、(A) および (B) の量をそれぞれA重量部、B重量部とした時、 $A+B=100$ 重量部、 $40 \leq A \leq 90$ 重量部、 $10 \leq B \leq 60$ 重量部を熔融混練してなるガラス繊維強化ポリアミド樹脂組成物で、該組成物中の(A) ポリアミド樹脂と(B) ガラス繊維との界面にグラフト化ポリアミド樹脂が存在し、該グラフト化ポリアミド樹脂量がガラス繊維100重量部あたり0.1~2重量部である組成物からなる射出成形品であって、流動方向に切り出した該成形品の動的粘弾性の温度分散スペクトルにおける α 緩和の $\tan \delta$ のピーク値が、 $\tan \delta \leq -3.2 \times 10^{-4} \times B + 0.0656$ を満足することを特徴とするガラス繊維強化ポリアミド樹脂射出成形品。

【0009】2) ガラス転移温度以上でアニールしてなる上記1記載の射出成形品。

以下、本発明を詳しく説明する。本発明に用いる(A) ポリアミド樹脂は、二塩基酸とジアミンの重縮合物、環状ラクタム開環重合物、アミノカルボン酸の重縮合物、および、これらのコポリマー、ブレンド物等が挙げられる。具体的には、ポリアミド66、ポリアミド46、ポリアミド612、ポリアミド610、ポリアミド6、ポリアミド11、ポリアミド12、などの脂肪族ポリアミド樹脂、ポリメタキシレンアジパミド(以下、ポリアミ

DMXD6という)、ポリヘキサメチレンテレフタリド(以下、ポリアミド6Tという)、ポリヘキサメチレンイソフタリド(以下、ポリアミド6Iという)などの脂肪族-芳香族ポリアミド樹脂、および、これらの共重合体やブレンド物等を挙げることができる。特に、本発明において好適なポリアミド樹脂としては、耐熱性、機械的強度の点からポリアミド66、ポリアミド6、ポリアミド66/6、ポリアミド66/6Iを挙げることができる。

【0010】ポリアミド樹脂の重合度については、特に限定されないが、通常の射出成形加工性から、JIS K6810に従って98%硫酸中濃度1%、25℃で測定する相対粘度が2.0以上であることが好ましい。本発明に用いるポリアミド樹脂の重合方法は特に限定されず、熔融重合、界面重合、溶液重合、塊状重合、固相重合、および、これらを組み合わせた方法を利用することができる。通常、熔融重合が好ましく用いられる。

【0011】本発明に用いる(B)ガラス繊維は、通常ポリアミド樹脂に用いられるものであって、特に制限はない。また、ガラス繊維強化ポリアミド樹脂組成物中の数平均繊維長さ(以下、Lともいう)、数平均繊維径(以下、Dともいう)、LとDの比(以下、L/Dともいう)については特に限定されない。ガラス繊維強化ポリアミド樹脂成形品中の数平均繊維長さ200 μ m以上、L/D=2.0以上であることが好ましい。

【0012】ガラス繊維の配合量は、ガラス繊維強化ポリアミド樹脂組成物100重量%中、10重量%~60重量%である。10重量%未満では機械的強度への改良効果がなく、60重量%を越えると成形品の外観が損なわれ、比重の増加につながる。本発明に用いる組成物は、ポリアミド樹脂、ガラス繊維と必要に応じて加える添加剤等を、適切にデザインされたスクリーンを有する押出し機を用いて熔融混練して得ることが出来る。ポリアミド樹脂とガラス繊維との界面に存在するグラフト化ポリアミド樹脂は、ポリアミド樹脂と表面処理等を施したガラス繊維とを熔融混練することにより樹脂とガラス繊維の界面に形成させるものである。そのグラフト化ポリアミド樹脂の量(以下、グラフト化量ともいう)は、押出条件(温度、スクリーンデザイン等)、ポリアミド樹脂(分子量、末端基濃度)、ガラス繊維の表面処理等で変え得るが、本発明における範囲のグラフト化量が得られるものであれば、これらの製造方法は限定されない。

【0013】本発明に言う、ポリアミド樹脂とガラス繊維との界面に存在するグラフト化ポリアミド樹脂とは、ポリアミド樹脂組成物、または、その成形品をポリアミド樹脂の溶媒に浸し、ポリアミド樹脂を溶出させガラス繊維を析出させた時、溶媒中に溶出せずガラス繊維表面に残るポリアミド樹脂を主成分とする有機物のことをいい、赤外吸収スペクトル、熱分解ガスクロマトグラフ分

析で確認できる。

【0014】具体例として、ガラス繊維強化ポリアミド66樹脂を例に挙げて説明すると、まず、ガラス繊維強化ポリアミド66樹脂組成物又は成形品中のガラス繊維とグラフト化していないポリアミド66樹脂を分離するためにフェノールと混合する。ポリアミド66-フェノール溶液部分を除去し、残ったガラス繊維部分を、ポリアミド66が溶出しなくなるまで数回フェノールで洗浄した後、フェノールを除去するためにエタノールで数回洗浄後、エタノールを乾燥して除去する。

【0015】この様にして得られたものが、有機物がグラフト化されたガラス繊維である。この様にして樹脂組成物または成形品中から取り出した、有機物がグラフト化されたガラス繊維を、以下、グラフト化ガラス繊維という。このグラフト化した有機物は、赤外吸収スペクトル、熱分解ガスクロマトグラフ/マスマススペクトル分析の結果から、ポリアミド66樹脂を主成分とするものであることが確認できる。

【0016】本発明に言う、ポリアミド樹脂とガラス繊維との界面に存在するグラフト化ポリアミド樹脂の量(グラフト化量)は、上記の様にして取り出したガラス繊維を、JIS R3420(強熱減量)に従って測定し、重量減少量から求めることができる。この界面に存在するグラフト化ポリアミド樹脂の量は、ガラス繊維100重量部あたり0.1~2重量部、好ましくは0.2~2重量部、さらに好ましくは0.2~0.7重量部である。0.1重量部未満ではガラス繊維表面を十分に被覆し難く、得られた成形品の疲労特性やクリープ特性が十分に発現しないため好ましくない。また、2重量部を越えると、熔融流動性が低下し射出成形時の圧力が高くなり好ましくない。

【0017】また、本発明に用いる組成物には、本発明の目的を損なわない範囲において、これらの組成物に1種または2種以上の添加物、例えば、他の樹脂ポリマー、無機充填材、安定剤および禁止剤(酸化劣化、熱劣化、紫外線劣化に対する)、滑剤および離形剤、着色剤(染料および顔料を含む)、核形成剤、可塑剤、発泡剤、難燃剤、帯電防止剤などを目的に応じて適宜加えることが出来る。

【0018】熱安定剤として、銅化合物、例えば、ヨウ化銅、臭化第一銅、臭化第二銅、塩化第一銅、酢酸銅、プロピオン酸銅、安息香酸銅、アジピン酸銅、テレフタル酸銅、イソフタル酸銅等が挙げられる。ギレート剤に配位した銅錯塩等でもよい。これらの銅化合物は、単独で用いてもよく、2種以上を混合して用いてもよい。なかでもヨウ化銅が疲労特性向上に効果的であり、特に好ましい。また、ハロゲン化アルカリは耐熱性改良剤としても作用するため、ヨウ化カリウム、臭化カリウム、塩化カリウム、塩化ナトリウムを用いることも好ましい。これらのハロゲン化アルカリは単独で用いてもよく、ま

た併用してもよい。

【0019】本発明でいう射出成形品は、上述した組成物を射出成形することによって得られる。本発明において、動的粘弾性の温度分散スペクトルにおける α 緩和とは、ポリアミド樹脂のガラス転移温度近傍で非晶部に存在する主鎖分子のミクロブラウン運動に起因する緩和現象を表しているものである。また、 $\tan \delta$ は歪と応力との間の位相角である損失角の正接であり、緩和の大きさに対応する。

【0020】本発明でいう射出成形品の流動方向とは、成形品のゲートから樹脂が流動末端に向かう流れ方向を示すもので、切り出し位置はコンピューターによる計算結果を用いて決定してもよい。流動方向に切り出した成形品の定義は、切り出した成形品断面におけるガラス繊維断面のアスペクト比（楕円の短軸／楕円の長軸）の数平均値が、0.8～1.0の範囲にあるのが好ましい。

【0021】本発明でいう流動方向に切り出した成形品の $\tan \delta$ は、上述した流動方向に切削した短冊状試験片を用いて後述する方法によって得られる。本発明においては、ガラス繊維強化ポリアミド樹脂成形品100重量部中、ガラス繊維B重量部とした時、流動方向に切り出した射出成形品での動的粘弾性の温度分散スペクトルにおける α 緩和の $\tan \delta$ のピーク値が、 $\tan \delta \leq -3.2 \times 10^{-4} \times B + 0.0656$ である。 $\tan \delta$ が $-3.2 \times 10^{-4} \times B + 0.0656$ を越えると、疲労特性が充分に発現しないため好ましくない。 $\tan \delta$ の値は0に近いほど好ましい。また、射出成形品を、ポリアミド樹脂のガラス転移温度以上でアニール処理することにより、本発明における範囲の $\tan \delta$ を得ることも可能である。

【0022】本発明の射出成形品は、金型形状を変えることにより、いかなる形状の成形品にも適用可能であるが、特に優れた疲労特性、クリープ特性が要求される自動車構造部品では、エンジンマウント、エアサスペンションタンク、インテークマニホールド、ラジエータタンク、燃料噴射ポンプ部品、ベアリングリテーナー、オイルパン、ホイール、シリンダーヘッドカバー、シフトレバーブラケット、ラジエータファン、各種シリンダー等への適用が期待される。また、アジャスター、ブラ束、天井釣り具等の住宅用構造部品、エアコンファン等の家電部品、椅子の脚、座、背等のOA、家具部品への適用も期待される。

【0023】

【発明の実施の形態】以下、実施例、比較例により本発明を更に説明するが、本発明はこれらに限定されるものでない。なお、測定方法、試験片の作成法等は次の通りである。

(1) グラフト化量

ポリアミド樹脂組成物またはその成形品約5gを90%

フェノール100mlと混合する(40℃、2時間攪拌)。静置するとガラス繊維部分は沈殿するので上澄みのポリアミドフェノール溶液を除去する。残ったガラス繊維部分に90%フェノール100mlを加えてガラス繊維部分を洗浄する(40℃、2時間攪拌)。静置するとガラス繊維部分は沈殿するので上澄みの溶液を除去する。この操作を3回繰り返した後、99.5%エタノール100mlを加えてフェノールを取り除く(40℃、2時間攪拌)。静置するとガラス繊維部分は沈殿するので上澄みの溶液を除去する。この操作を3回繰り返した後、エタノールを除去するために窒素フロー乾燥機で80℃、2昼夜乾燥する。

【0024】この様にして得られたグラフト化ガラス繊維を、JIS R3420に準じて測定してグラフト化量を求めた。グラフト化ガラス繊維を1g以上採りその質量を測定する。次に110±5℃で1時間以上乾燥した後、デシケーターに入れて室温まで放冷してその質量を測定する(m_1)。これを625±20℃に保った電気炉で恒量になるまで(15分間)加熱した後取り出し、デシケーターに入れて室温まで放冷してその質量を量る(m_2)。次式に従って強熱減量(重量部)を算出し、グラフト化量(重量部)を求める。

【0025】

グラフト化量 = $\{(m_1 - m_2) / m_1\} \times 100$

(2) 平板の作成

射出成形機(日精樹脂製:PS120S18DSE)を用い、シリンダー温度290℃、金型温度80℃で、フィルムゲートを使用し、長さ(流動方向)120mm×幅(流動直角方向)80mm×厚さ3mm平板を成形した。

【0026】(3) $\tan \delta$

粘弾性測定解析装置(レオロジ製:DVE-V4)を用いて、平板から流動方向に切削した短冊状試験片の動的粘弾性の温度分散スペクトルを以下の条件で測定した。なお、試験片寸法は、3.0mm(幅)×2.9mm(厚み)×15mm(長さ〔流動方向〕:チャック間距離)であった。

【0027】測定モード:引張、波形:正弦波、周波数:3.5Hz、温度範囲:0℃～180℃、昇温ステップ:2℃/min、静荷重:400g、変位振幅:0.75μmである。 $\tan \delta$ は、上記測定方法によって得られる試験片の損失正接の α 緩和のピーク値から求めた。

【0028】(4) 切り出し成形品断面におけるガラス繊維断面アスペクト比

切り出した成形品断面を研磨処理後、光学顕微鏡下で観察し、画像解析装置を用いて、無作為に選んだ100本のガラス繊維断面のアスペクト比(楕円の短軸／楕円の長軸)の数平均値を求めた。

(5) 疲労特性

振動疲労試験機（オリエンテック製：VFA-1KV A）を用いて、平板から流動方向に切削した短冊状試験片の疲労破壊回数を以下の条件で測定した。なお、試験片寸法は、3.0mm（幅）×2.9mm（厚み）×20.0mm（長さ〔流動方向〕：チャック間距離）であった。

【0029】引張荷重制御方式で、チャック間距離：20mm、周囲温度：23℃、周波数：10Hz、応力モード：引張-引張、最大応力：100、90MPa、最小応力：5.4MPaの条件で行った。

【0030】

【実施例1】400Lのオートクレーブ中に、40%AH塩（アジピン酸／ヘキサメチレンジアミンの等モル塩）水溶液を仕込み、1.8MPa加圧下で加熱熔融重合を行い、冷却固化、造粒してポリアミド66樹脂組成物を得た。得られた組成物100重量部に対して、ガラス繊維（繊維径10μm×長さ3mmのチョップドストランドをアミノシランカップリング剤と無水マレイン酸系集束剤の混合物で表面処理したガラス繊維）50重量部とを290℃の温度で2軸押し出し機（東芝機械製；TEM35）を用いて熔融混練して、ガラス繊維濃度33重量%の強化ポリアミド樹脂組成物を得た。得られた組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表1に示す。

【0031】

【実施例2】400Lのオートクレーブ中に表1の成分組成になる様に、40%AH塩（アジピン酸／ヘキサメチレンジアミンの等モル塩）水溶液、ヨウ化カリウム、ヨウ化銅を仕込み、1.8MPa加圧下で加熱熔融重合を行い、冷却固化、造粒してポリアミド66樹脂組成物を得た。

【0032】このポリアミド66樹脂組成物を用いた以外は、実施例1と同様にして強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表1に示す。

【0033】

【実施例3】ガラス繊維として、繊維径10μm×長さ3mmのチョップドストランドをアミノシランカップリング剤とウレタン系集束剤の混合物で表面処理したガラス繊維50重量部を用いた以外は、実施例2と同様にし

てガラス繊維濃度33重量%の強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表1に示す。

【0034】

【実施例4】ガラス繊維を100重量部とした以外は、実施例2と同様にしてガラス繊維濃度50重量%の強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表1に示す。

【0035】

【実施例5】ガラス繊維として、繊維径13μm×長さ3mmのチョップドストランドをアミノシランカップリング剤とアクリル系集束剤の混合物で表面処理したガラス繊維50重量部を用いた以外は、実施例2と同様にしてガラス繊維濃度33重量%の強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表1に示す。

【0036】

【実施例6】ガラス繊維として、繊維径10μm×長さ3mmのチョップドストランドをアミノシランカップリング剤と無水マレイン酸-アクリル系集束剤の混合物で表面処理したガラス繊維50重量部を用いた以外は、実施例1と同様にして強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表1に示す。

【0037】

【実施例7】ガラス繊維として、繊維径13μm×長さ3mmのチョップドストランドをアミノシランカップリング剤で表面処理したガラス繊維50重量部を用いた以外は、実施例2と同様にして強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、180℃、4時間アニールを行った。この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表1に示す。

【0038】

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7
ポリアミド種	N66	N66	N66	N66	N66	N66	N66
3%化銅 (重量%)	0	0.05	0.05	0.05	0.05	0	0
3%化銅/Al (重量%)	0	2.0	2.0	2.0	2.0	0	0
ガラス繊維 (重量%)	33	33	33	50	33	33	33
ガラス繊維径 (μm)	10	10	10	10	13	10	13
グラフト化量 (重量%)	0.30	0.34	0.15	0.31	0.15	1.65	0.15
tan δ (—)	0.0475	0.0496	0.0502	0.0478	0.0536	0.0482	0.0505
繰り返し疲労回数(回) <23℃, 10Hz> ・最大応力100MPa	5.4×10^5	8.3×10^5	3.8×10^5	1.1×10^5	2.3×10^5	4.8×10^5	2.8×10^5
・最大応力90MPa	1.7×10^5	1.9×10^5	1.0×10^5	4.2×10^5	1.0×10^5	1.6×10^5	1.2×10^5
GF断面アスペクト比	0.89	0.89	0.92	0.91	0.92	0.90	0.90
射出圧力 (MPa)	45	45	45	45	45	46	45

【0039】

【比較例1】ガラス繊維として、繊維径10μm×長さ3mmのチョップドストランドをアミノシランカップリング剤で表面処理したガラス繊維50重量部を用いた以外は、実施例1と同様にして強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表2に示す。

【0040】

【比較例2】ガラス繊維として、繊維径10μm×長さ3mmのチョップドストランドをアミノシランカップリング剤で表面処理したガラス繊維50重量部を用いた以外は、実施例2と同様にして強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表2に示す。

【0041】

【比較例3】ガラス繊維として、繊維径10μm×長さ3mmのガラス繊維(表面処理なし)50重量部を用いた以外は、実施例1と同様にして強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表2に示す。

【0042】

【比較例4】ガラス繊維として、繊維径10μm×長さ3mmのチョップドストランドをアミノシランカップリング剤とウレタン系集束剤で表面処理したガラス繊維100重量部を用いた以外は、実施例2と同様にして強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表2に示す。

【0043】

【比較例5】ガラス繊維として、繊維径13μm×長さ3mmのチョップドストランドをアミノシランカップリング剤で表面処理したガラス繊維50重量部を用いた以外は、実施例2と同様にして強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表2に示す。

【0044】

【比較例6】ガラス繊維として、繊維径10μm×長さ3mmのチョップドストランドをアミノシランカップリング剤とウレタン-アクリル系集束剤の混合物で表面処理したガラス繊維50重量部を用いた以外は、実施例1と同様にして強化ポリアミド樹脂組成物を得た。この組成物を上記に示す射出成形方法で平板を作成し、この平板から流動方向に切削した短冊状試験片を上記測定方法

に従って、解析および諸特性を測定した。疲労特性を表2に示す。

【0045】

【表2】

	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
ポリアミド種	N66	N66	N66	N66	N66	N66
30化銅 (重量%)	0	0.05	0.05	0.05	0.05	0
30化カリウム (重量%)	0	2.0	2.0	2.0	2.0	0
ガラス繊維 (重量%)	33	33	33	50	33	33
ガラス繊維 (mm)	10	10	10	10	13	10
グラフト化量 (重量%)	0.07	0.06	0.04	0.14	0.15	2.25
tanδ (—)	0.0520	0.0518	0.0559	0.0503	0.0552	0.0511
繰り返し疲労回数(回) <23℃, 10Hz> ・最大応力100MPa	2.0×10^3	4.5×10^3	1×10^5	7.7×10^4	3.6×10^4	9.2×10^4
・最大応力90MPa	1.6×10^4	3.5×10^4	4.5×10^5	6.5×10^5	1.4×10^5	5.3×10^5
GF断面アスペクト比	0.90	0.89	0.91	0.92	0.90	0.89
射出圧力 (MPa)	45	45	45	45	45	70

【0046】

【発明の効果】本発明のガラス繊維強化ポリアミド樹脂成形品は、機械的特性、特に疲労特性やクリープ特性が

著しく優れたものであり、自動車構造部品、及び、各種構造部材は非常に耐久性、信頼性の高い部品である。